



## 中华人民共和国国家知识产权局

邮政编码: 100032

北京市西城区金融街 27 号投资广场 B 座 19 层  
中国专利代理(香港)有限公司  
曹雯, 杨丽琴

发文日期:



申请号: 01121891.6

申请人: 三菱麻铁里亚尔硅材料株式会社

发明名称: 多晶硅的评价方法

## 第二次审查意见通知书

0161651

1. ☒ 审查员已收到申请人针对国家知识产权局专利局发出的第1次审查意见通知书于2004年4月6日提交的意见陈述书, 在此基础上审查员对上述专利申请继续进行实质审查。  
☐ 根据国家知识产权局专利局专利复审委员会于\_\_\_\_年\_\_\_\_月\_\_\_\_日作出的复审决定, 审查员对上述专利申请继续进行实质审查。
2. ☐ 申请人于\_\_\_\_年\_\_\_\_月\_\_\_\_日提交的修改文件, 不符合实施细则第 51 条第 3 款的规定, 不能被接受; 申请人应在收到本通知书之日起壹个月内提交符合要求的修改文件, 否则视为未答复审查意见通知书, 申请将被视为撤回。
3. 继续审查是针对下述申请文件进行的:  
☐ 上述意见陈述书中所附的经修改的申请文件。  
☒ 前次审查意见通知书所针对的申请文件以及上述意见陈述书中所附的经修改的申请文件替换页。  
☐ 前次审查意见通知书所针对的申请文件。  
☐ 上述复审决定所确定的申请文件。
4. ☐ 本通知书未引用新的对比文件  
☒ 本通知书引用下述对比文献(其编号续前, 并在今后的审查过程中继续沿用):

编号	文件号或名称	公开日期 (或抵触申请的申请日)
1	ICP-AES 法同时测定工业硅及多晶硅中铁、铝等六元素	1998 年 7 月 31 日
2	CN1225451A	1999 年 8 月 11 日
		年 月 日
		年 月 日

## 5. 审查的结论性意见:

- ☐ 关于说明书:
- ☐ 申请的内容属于专利法第 5 条规定的不授予专利权的范围。
  - ☐ 说明书不符合专利法第 26 条第 3 款的规定。
  - ☐ 说明书的修改不符合专利法第 33 条的规定。
  - ☐ 说明书的撰写不符合实施细则第 18 条的规定。
  - ☐

07 OCT 2004





## 中华人民共和国国家知识产权局

☒ 关于权利要求书:

- ☐ 权利要求\_\_\_\_不具备专利法第 22 条第 2 款规定的新颖性。
- ☒ 权利要求 1-3 不具备专利法第 22 条第 3 款规定的创造性。
- ☐ 权利要求\_\_\_\_不具备专利法第 22 条第 4 款规定的实用性。
- ☐ 权利要求\_\_\_\_属于专利法第 25 条规定的不授予专利权的范围。
- ☐ 权利要求\_\_\_\_不符合专利法第 26 条第 4 款的规定。
- ☐ 权利要求\_\_\_\_不符合专利法第 31 条第 1 款的规定。
- ☐ 权利要求\_\_\_\_的修改不符合专利法第 33 条的规定。
- ☐ 权利要求\_\_\_\_不符合实施细则第 2 条第 1 款关于发明的定义。
- ☐ 权利要求\_\_\_\_不符合实施细则第 13 条第 1 款的规定。
- ☐ 权利要求\_\_\_\_不符合实施细则第 20 条至第 23 条的规定。
- ☐

上述结论性意见的具体分析见本通知书的正文部分。

## 6. 基于上述结论性意见, 审查员认为:

- ☐ 申请人应按照通知书正文部分提出的要求, 对申请文件进行修改。
- ☐ 申请人应在意见陈述书中论述其专利申请可以被授予专利权的理由, 并对通知书正文部分中指出的不符合规定之处进行修改, 否则该申请将被驳回。
- ☒ 专利申请中没有可以获得专利权的实质性内容, 如果申请人没有充分的理由说明其申请可以被授予专利权, 该申请将被驳回。
- ☐

## 7. 申请人应注意下述事项:

- (1) 根据专利法第 37 条的规定, 申请人应在收到本通知书之日起的 贰 个月内陈述意见, 如果申请人无正当理由逾期不答复, 该申请将被视为撤回。
- (2) 申请人对该申请的修改应符合专利法第 33 条和实施细则第 51 条的规定, 修改文本应一式两份, 并且格式应符合审查指南的有关规定。
- (3) 申请人的意见陈述书和/或修改文本应邮寄或递交给国家知识产权局专利局受理处, 凡未邮寄或递交给受理处的文件不具备法律效力。
- (4) 未经预约, 申请人和/或代理人不得前来国家知识产权局专利局与审查员举行会晤。

## 8. 本通知书正文部分共有 2 页, 并附有下列附件:

- ☒ 引用的对比文件的复印件共 2 份 12 页。
- ☐

审查 8 部 7 室

审查员签章: 87



完成日期: 2004-07-06

21303  
2002.1

回函请寄: 100088 北京市海淀区蓟门桥西土城路 6 号 国家知识产权局专利局受理处收  
(注: 凡寄给审查员个人的信函不具有法律效力)



## 中华人民共和国国家知识产权局

## 第二次审查意见通知书正文

申请号: 01121891.6

审查员对申请人于 2004-04-06 提交的意见陈述书和经过修改的申请文件进行了审查, 再次提出如下审查意见。

权利要求 1-3 不具备创造性, 不符合专利法第 22 条第 3 款的规定。

1. 权利要求 1 请求保护一种评价多晶硅的方法: (1) 将多晶硅浸渍在能溶解所述多晶硅的氢氟酸和硝酸的混酸中后, (2) 再用测定装置测量溶解得到的液体中的异物数。该方法的第(1)步溶解多晶硅的手段是所属技术领域的惯用手段, 如对比文件 1 (ICP-AES 法同时测定工业硅及多晶硅中铁、铝等六元素, 云南冶金 1998 年 S1 期) 中公开了: 以  $\text{HNO}_3$ -HF 溶解多晶硅样品 (参见该对比文件第 67 页右栏第 2 段); 而第(2)步所记载的技术手段也是公知的, 如对比文件 2 (CN1225451A) 涉及一种用来测量液体样品中粒子的方法和系统, 并具体给出了测量液体样品中粒子的方法和系统 (参见该对比文件的全文)。该权利要求请求保护的技术方案是所属技术领域中两种惯用手段的简单组合, 对所属技术领域的普通技术人员来说是显而易见的, 不要付出任何创造性的劳动。因此该权利要求不具备突出的实质性特点和显著的进步, 因而不具备专利法第 22 条第 3 款规定的创造性。
2. 权利要求 2 引用权利要求 1 作了进一步限定: 进行异物的成分分析。而分析液体样品中粒子的成分, 对所属技术领域的技术人员来说是常规操作, 因此权利要求 2 也不具备专利法第 22 条第 3 款规定的创造性。权利要求 3 引用权利要求 1 作了进一步限定: 在将多晶硅浸渍在容纳在槽内的药液中之前, 预先循环过滤上述药液。同样, 循环过滤药液对所属技术领域的技术人员来说也是常规操作, 因此权利要求 3 也不具备专利法第 22 条第 3 款规定的创造性。

另外, 申请人在意见陈述书的意见 2 (2) ①中指出“氧化铝也溶解是审查员的误解”, 审查员不能同意申请人的意见。申请人片面的将氧化铝限定为氧化铝单晶体如红宝石和蓝宝石, 但是本申请说明书第 3 页第 22-24 行记载的“氧化铝”是上位概念 (氧化铝并不一定以单晶形式存在), 当然包括能较易溶解



## 中华人民共和国国家知识产权局

---

于酸或碱的溶液中的 $\gamma$ -氧化铝（见《无机化学》第三版，下册，第784页第3段）。因此审查员指出氧化铝能溶解于氢氟酸和硝酸的混酸并不是误解，而是有正确的理论依据的。

基于上述理由，本申请不具备被授予专利权的前景。如果申请人不能在本通知书规定的答复期限内提出具有说服力的理由，本申请将被驳回。

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>6</sup>

G01N 25/00

## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98126457.3

[43]公开日 1999年8月11日

[11]公开号 CN 1225451A

[22]申请日 98.12.17 [21]申请号 98126457.3

[30]优先权

[32]97.12.17 [33]US [31]069,960

[32]98.9.14 [33]US [31]152,520

[71]申请人 液体空气乔治洛德方法利用和研究有限  
公司

地址 法国巴黎

[72]发明人 许敏第 李伟精

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事  
务所

代理人 王 杰

权利要求书 2 页 说明书 7 页 附图页数 5 页

[54]发明名称 用来测量液体样品中粒子的方法和系统

[57]摘要

提供一种用来测量液体样品中粒子的方法和设备。该方法包括将一种液体样品输入到一个热交换器中,从而冷却样品至某一预定温度。将经冷却的样品输送到一个粒子计数器中,对该冷却样品进行粒子测量。根据本发明的方法和设备,可有效地抑制存在于待测液体化学制品样品中的泡沫,因而可用于粒子的精确测量。本发明特别适用于半导体和药品制造工业。

ISSN 1008-4274

## 权 利 要 求 书

1. 一种测量液体样品中粒子的方法，其中包括输送液体样品到一个热交换器中，从而冷却该样品至某一预定温度，通过将该冷却样品输入到一个粒子计数器中对该冷却样品进行粒子测量。
2. 根据权利要求1所述的方法，其中液体样品为除离子水、氢氧化铵、过氧化氢、氢氧化钠、氢氟酸、硝酸、硫酸、磷酸、乙酸、异丙醇、氢氧化四甲基铵或其混合物。
3. 根据权利要求2所述的方法，其中液体样品为除离子水、氢氧化铵、过氧化氢或其混合物。
4. 根据权利要求1所述的方法，其中热交换器包括一个盛放有一种冷却剂流体的容器，和一个浸没在该流体中的中空的盘管，其中液体样品从该盘管中流过。
5. 根据权利要求4所述的方法，其中液体样品温度通过测量热交换器下游的液体样品温度并根据所测得的温度调节流进到热交换器中冷却剂的流速得到控制。
6. 根据权利要求1所述的方法，其中热交换器包括一个与盛放有液体样品的容器相连的热电冷却器。
7. 根据权利要求6所述的方法，其中液体样品是经过容器的一个侧面输入到热交换器的，并经过与容器第一侧面相对的第二侧面流出。
8. 根据权利要求7所述的方法，其中容器形状为矩形。
9. 根据权利要求6所述的方法，其中液体样品温度通过测量热交换器下游的液体样品温度，并根据所测得的温度调节热电冷却器的输出量得到控制。
10. 根据权利要求1所述的方法，其中预定温度低于 $18^{\circ}\text{C}$ ，但高于液体样品的凝固点。
11. 根据权利要求10的方法，其中预定温度在 $10$ 至 $15^{\circ}\text{C}$ 之间。
12. 一种测量液体样品中粒子的系统，其中包括：  
一个用来接收来自液体源的液体样品的热交换器；  
用于将液体样品输送到热交换器中的输入管道和用于将液体样品导出

热交换器的输出管道;

用来控制流出热交换器的液体样品温度至某一预定温度的元件, 该温度低于液体样品流进热交换器的温度; 和

一个粒子计数器, 用来接收来自热交换器的经冷却液体样品。

13. 根据权利要求12所述的系统, 其中热交换器包括一个盛放冷却剂流体的容器和一个浸没在该流体中的中空盘管, 其中液体样品从该盘管中流过。

14. 根据权利要求13所述的系统, 其中温度控制元件包括一个用来测量流出热交换器的样品温度的传感器, 和一个或多个用来根据所测得的温度来调节输入到热交换器中的冷却剂流速的控制器。

15. 根据权利要求12所述的系统, 其中热交换器包括一个与盛放液体样品的容器相连的热电冷却器。

16. 根据权利要求15所述的系统, 其中输入导管与容器的某一侧面连接, 输出导管通过容器中与第一侧面相对的第二侧面与容器连接。

17. 根据权利要求16所述的系统, 其中容器形状为矩形。

18. 根据权利要求15所述的方法, 其中温度控制元件包括一个用来测量流出热交换器的样品温度的传感器, 和一个或多个用来根据所测得的温度来调节热电冷却器的输出量的控制器。

## 说明书

### 用来测量液体样品中粒子的方法和系统

本发明涉及一种新颖的用于测量液体样品中粒子的方法。本发明还涉及一种用于测量液体样品中粒子的系统。本发明可有效地抑制液体样品中的泡沫，它特别适用于半导体和医药制造业。

在许多工业中，如半导体和医药制造业，所采用的工艺化学制品具有非常低的粒子浓度是重要的。通常在半导体和医药制造业中所采用的化学制品包括，例如，氢氧化铵、过氧化氢、氢氧化钠、氢氟酸、硝酸、硫酸、磷酸、乙酸、异丙醇、氢氧化四甲基铵、除离子水及其混合物。在这些化学制品中，人们期望能够维持其浓度低于每毫升10个粒子 ( $>0.2 \mu m$ )。

存在于化学制品中的粒子，可以固态、胶态或这两种状态的混合态存在。无论是那种情形，这些粒子对于制造过程和所形成的产品都是有害的，从而引起产品收率下降。

液体中的粒子或液体载带的粒子，传统上借助一种光学型粒子计数器或监视器以质量控制与产品质量保证为目的进行监测。在这类仪器中，携带有粒子的液体样品，用一种激光束照射，光线被粒子散射。散射光线被该仪器收集，根据对散射光线的测量就可获得粒子数目和尺寸的信息。

在液体化学制品中除了有粒子以外，还存在有微泡。微泡可附着在粒子上或可自由地分散在液体中。与溶液中的粒子相反，微泡并不总是对所形成的产品产生不利影响。

业已发现，在采用光学型粒子器具测量粒子时，微泡表现出与粒子相似的光散射特性。其结果，光学型粒子仪器不能区分出泡沫和粒子，泡沫也将被计数为粒子。由于将微泡误认作粒子，使得粒子数目人为地变高，因而，实际上符合制备规格的化学制品是无效的。

已经有人提出了一种消除微泡对液体载带粒子测量所产生的影响的对策，即通过压力来抑制微泡。带有一个加压室的光学型粒子计数器可以商业购得，例如，the Particle Measuring Systems Inc. CLS-700和the



HIAC/ROYCO 8000A systems. 在这些系统中, 是采用压缩空气或氮气直接作用于液体表面. 它是用来将泡沫中的气体压缩回到液体中.

不过, 研究发现, 尽管相对较大的泡沫可采用这种方法进行压缩, 但是较大泡沫的破裂和 / 或较大泡沫仅仅尺寸的减小, 会形成大量的较小泡沫. 而且, 由化学制品的分解气体所形成的泡沫, 无论尺寸如何, 都不能有效地被压缩回到液体中去.

在Borden的美国专利号US4783599中公开了另一种解决微泡存在的方法. 在这篇专利中, 公开了一种系统, 它可将非杂质泡沫与杂质粒子区分开来. 基本上呈球形的泡沫可通过空间对称的光电二极管来检测. 不规则形状的杂质粒子可以被检测, 而存在的泡沫被检测系统否定. 但是, 这种方法可能会局限于大的泡沫和不规则形状的粒子. 球形的粒子也必将被误认为泡沫.

为了满足半导体和医药制造工业的需要和为了克服现有技术中的不足, 本发明的一个目的是提供一种新颖的测定液体样品中粒子的方法.

本发明的另一个目的是提供一种用来测量液体样品中粒子的系统, 这种系统可以实施本发明方法.

本发明的方法和设备可用来有效地抑制存在于液体化学制品样品中的泡沫, 因而也适用于精确的粒子测量.

对于本领域的普通技术人员来说, 本发明的其它目的和优点, 通过随后的说明书、附图和权利要求书, 将会变得更为清楚明了.

上述目的可通过本发明方法实现. 按照本发明的第一个方面, 提供一种测量液体样品中粒子的方法. 在这种方法中, 液体样品被输入到一个热交换器中, 从而冷却样品至某一预定温度. 将经冷却的样品输入到一个粒子计数器, 对经冷却的样品进行粒子测量. 这种方法通过控制温度从而抑制样品中的微泡为与液体载带粒子测量有关的问题提供一种有效解决方案.

本发明的第二个方面提供一种用来测量液体样品中粒子的系统. 这种系统包括一种热交换器, 用来接收来自液体源的液体样品. 它还包括一个输入管道, 液体样品通过输入管道被输送到热交换器. 一个输出管道, 液体样品通过输出管道流出热交换器, 以及用来控制流出热交换器的液体样品温度至某一预定温度的元件. 该温度低于液体样品进入热交换器的温度.

还连接有一个粒子计数器，用来接收由热交换器中流出的经冷却的液体样品。

### 附图简要说明

本发明的目的和优点，可从下述的优选实施方案的详细说明以及与之相关的附图中得到清楚的说明，其中的编号意义相同，其中：

图1所示为本发明所述的一种用来测量液体化学制品中的颗粒的系统；

图2所示为本发明的一个用来抑制液体化学制品中泡沫的可用于附图1所示系统中的热交换器；

图3所示为过氧化氢溶液中聚集的粒子浓度相对于粒子直径的柱状图；

图4所示为过氧化氢溶液中测得的粒子浓度相对于溶液温度的曲线；

图5所示为氢氧化铵溶液中测得的粒子浓度相对于溶液温度的曲线；

通过本发明，可以看出液体化学制品中的微泡对于液体温度特别敏感。在低温下，构成微泡的气体溶于液体中，从而可除去由溶液所形成的泡沫。这样，液体化学制品中存在的泡沫，在其输入到粒子测量系统之前可通过冷却化学制品有效地得到抑制。冷却温度通常与化学制品种类有关，最好为某一预定温度，在该温度下泡沫的数量达到最小值。这可用于液体化学制品粒子的精确测量。

本发明的方法和系统的说明可参见附图1，它是根据本发明的一个示范方面说明一个用来测量液体化学制品中粒子的示范性系统100。一个待测的液体化学制品102的连续样品，例如，从一个盛放容器104或从一个化学制品分配管道106中移出。

该样品可通过泵108输送，或者，作为一种替代的方式，可由系统的静态压力通过管道110被输送到热交换器112中。该化学制品样品从而可经泵抽或经系统压力的推动，以连续的方式流经整个系统。

热交换器112冷却从中流过的样品，至某一预定温度，在该温度下，液体中存在的微泡可有效地得到抑制。根据这个示例性实施方案，热交换器112包括一个盛放有冷却剂116的容器114。该冷却剂可以为水或任何商用的液体或气体冷却剂，它可维持样品温度到所期望的温度，并能与系统中的物质相匹配。

冷却剂116通过冷却剂输入管道118，被输送到容器114中，并从冷却剂输

出管道120中被移出。在冷却剂输入管道118上有一个温度和流速控制器122，控制输入到容器中的冷却剂的流速。

盘管124浸没在容器114的冷却剂之中。样品经盘管124从样品输入管道126流出，并经样品输出管道128流出热交换器。该盘管是由一种可与样品和热交换流体相匹配的物质所构成的。优选的，该盘管是由一种耐腐蚀物质如TEFLON构成的。由于样品流进一个干净的管道，所以样品不会被冷却剂或热交换器表面所污染。

将一个压力传感器130或一个流量计如一种可从Nano-Master U.S.A., Inc., Austin, Texas的Honda Electronics购得的超声流量计设置在样品输出管道128中，分别用来监控样品压力或流速。这些仪器可用来监控样品在系统中的流动，它们可与一个主控制器134相连。为了自动地控制样品在系统中的流动，该主控制器又可与泵108或阀138相连。适于用作控制器134的合适控制元件，对本领域技术人员来说是公知的，它包括，如一种或多种程序化的逻辑控制器（PLCs）或微型处理机。

一个温度传感器132被设置在样品输出管道128上或热交换器内部的靠近出口处，用来监控样品流出热交换器时的温度。该温度传感器可设置在样品管道的管壁外部并与之相连、管壁内部或嵌入在管壁之上。温度传感器132优选为一种热电偶或其它包裹在化学腐蚀性物质如TEFLON中的温度探测器。适用的热电偶可从商业上获得，如可从C-temp of Anaheim, California购得。

温度传感器132与温度和流量控制器122一起连接在主控制器134上，它们可共同控制和操作热交换器。用来操作热交换器的控制器，与上述所提及的流量控制器，可以是相同的也可以是不同的。

根据本发明的一个方面的液体化学制品样品的温度控制，可以采用下述方法来实现。经样品输出管道128流出热交换器的样品温度，是采用温度传感器132来监控的。由温度传感器132得到的测量信号被送到主控制器134，其中温度设定值预先得得到程序控制。根据所测得的信号，通过温度和流速控制器122，主控制器134调节经冷却剂输入管道118输入到热交换器中的冷却剂116的流速。这样，样品的温度可维持在某一预定温度，以有效地抑制溶液中的泡沫。

流出热交换器的液体化学样品基本上不含有泡沫，它经样品输出管道128流入到一个粒子传感器136中，以便进行粒子测量。流入到粒子传感器的样品流速，采用位于粒子传感器出口的阀138被调节至粒子传感器确定的流速。

在粒子测量之后，样品经管道140从粒子传感器中移出。从粒子传感器中流出的样品直接排放，或作为一种替代方式，可流回到最初汲取液体化学制品的化学制品供给源。

按照本发明的另一个实施方案，热交换器112的结构如附图2所示，其中呈矩形的由耐腐蚀性物质如TEFLON构成的容器202经样品输入管126接收液体化学制品样品。尽管所述的容器是矩形的，但是其它形状的容器也是可行的。例如，可以采用一种形状为圆柱形或环形的容器。

在容器202上连接有一个或多个热电冷却器204，用来移走样品的热量。容器202的表面可在液体样品和冷却器之间提供热交换表面。合适的热电冷却器可从商业上购得，例如，可从Mellor购得。

优选地，将两个热电冷却器204设置在该矩形容器的相对两侧，以均匀有效地冷却样品。在这种优选两个冷却器系统中，表面积可通过尽可能减小该矩形容器的其它四个表面而使之最大化。这样可提高热交换能力。

本实施例用来控制样品温度的元件与附图1中所述的那些元件相同，不同之处在于采用一种电流控制器206取代温度和流速控制器，来控制热电冷却器。

由于可以进行分析的液体化学制品可能会具有不同的热容，并需要控制在不同的温度以便最大限度地抑制微泡，该热电冷却器优选具有一个可调节温度范围，以有利于控制容器内液体样品的温度。一般地，热电冷却器需要特定功率直流电，它取决于所需要移走的样品热量。

从上面的描述中可以清楚地看出，对于本领域技术人员来说，没有远离本发明范围的不同热交换器结构都可采用。例如，可以使样品流过一个或多个被冷却剂环绕的管路，如在一同轴管中，或采用其它已知类型热交换器。

温度控制的效力是热交换面积的函数，例如，对于热电冷却器来说，与冷却盘管直径或热交换面积有关。热交换面积是由下列等式决定的：

$$A = Q/U \Delta t$$

其中A为热交换面积，Q为负载的总热量，U为平均总传热系数， $\Delta t$ 为对数平均温差，它可由下列等式进行计算：

$$\Delta t = \frac{(t_{s1} - t_{c2}) - (t_{s2} - t_{c1})}{\ln \left( \frac{t_{s1} - t_{c2}}{t_{s2} - t_{c1}} \right)}$$

其中的 $t_{s1}$ 为输入到热交换器中的液体样品的温度， $t_{c2}$ 为流出热交换器的液体样品的温度， $t_{c1}$ 为输入到热交换器的冷却剂的温度， $t_{s2}$ 为流出热交换器的冷却剂温度。温度 $t_{s1}$ 通常为室温，而温度 $t_{c2}$ 通常低于18℃但高于液体的凝固点，优选在10-15℃之间。

当然，如上面所讨论的，最佳的温度和工作温度范围取决于所测量的特定的化学制品。泡沫最少时的工作温度范围和最佳温度，可通过实验来确定。

下列实施例说明本发明的系统和方法在液体化学制品的粒子测量中，可特别有效地抑制和消除微泡。在每个实施例中，都是采用附图1中所示的设备来进行粒子测量的。

#### 实施例1

在三个TEFLON瓶中，每个瓶中装有500 ml电子级的30%过氧化氢( $H_2O_2$ )，并用瓶帽盖住瓶口。其中一个瓶作为对样品，其它两个瓶都用电振动器以150 rpm转速振动1小时，在液体样品中人为产生微泡。将每个振动瓶从振动器中移出，并采用PMS HSLIS M-65粒子监控器在不同的液体样品温度下对粒子进行测量。

一个处在一个冷冻环形槽中的1/4英寸PFA TEFLON盘管被用作热交换器，以控制样品温度。一个振动瓶中的样品温度控制在12℃，而另一个振动瓶中样品的温度控制在25℃。样品用一种TEFLON隔膜泵被泵抽通过浸没在冷冻的冷却剂室的热交换器盘管到粒子监测器中以测量粒子。未经振动的过氧化氢对照样品的粒子测量以相同方式进行。

样品的温度和压力，采用邻近热交换器下游的样品管道中温度和压力传感器进行监测。测量结果如附图3所示，它为振动样品中聚集的粒子浓度相对于粒子直径的柱形图。样品在12℃时所测得的粒子浓度，显著地低于样品在25℃时的粒子浓度。所测得的未经振动对照样品（图中未画出）的粒子浓度，与在12℃下的振动样品所测得的结果基本相同。12℃下样品的较低粒子数目，表明样品温度降低，有利于微泡的抑制或消除。

#### 实施例2

在这个实施例中，研究在不同温度下，30%过氧化氢溶液中的粒子浓度。特别地，在约10℃到30℃之间，得到在八个温度下样品的粒子数据。这个实施例所得到的结果如附图4所示，它为所测得的粒子浓度相对于温度的曲线。

业已发现，在约10℃到30℃之间提高样品温度，在较低温度下的粒子浓度有下降的趋势，同样地，温度从约30℃降低到10℃，也具有相同的趋势。至于所测量的过氧化氢溶液，粒子浓度在温度降至低于约18℃后仍基本维持不变。这样，当样品温度低于约18℃时，可有效地消除微泡。

#### 实施例3

在约8℃到36℃之间的不同温度下，得到29%氢氧化铵（ $\text{NH}_4\text{OH}$ ）溶液中的粒子测量数据。这个实施例的方法，与实施例2中的过氧化氢溶液的方法相同，不同之处在于所研究的特定温度不同。这个实施例所测得的结果如附图5所示，它为所测得的粒子浓度相对于温度的曲线。

对于这种化学制品来说，研究表明，它具有与上述实施例2相似的趋势。特别地，当温度下降到低于18℃时，下降到约15℃，所测得的粒子浓度处于最低点。在这个最低点，微泡得到完全抑制。

需要指出的是，采用降低样品温度来消除微泡，除了采用粒子监测器读取的粒子数据输出值进行观测以外，它还可通过示波器观察由粒子和微泡所产生的电信号来进行监测。

虽然已经通过特定的实施方案对本发明作了详细的说明，但是本领域技术人员应该理解，在不背离附带的权利要求书范围的情况下可以对其进行改变和改进，而且其等价替换形式也可采用。

2012.03

说明书附图

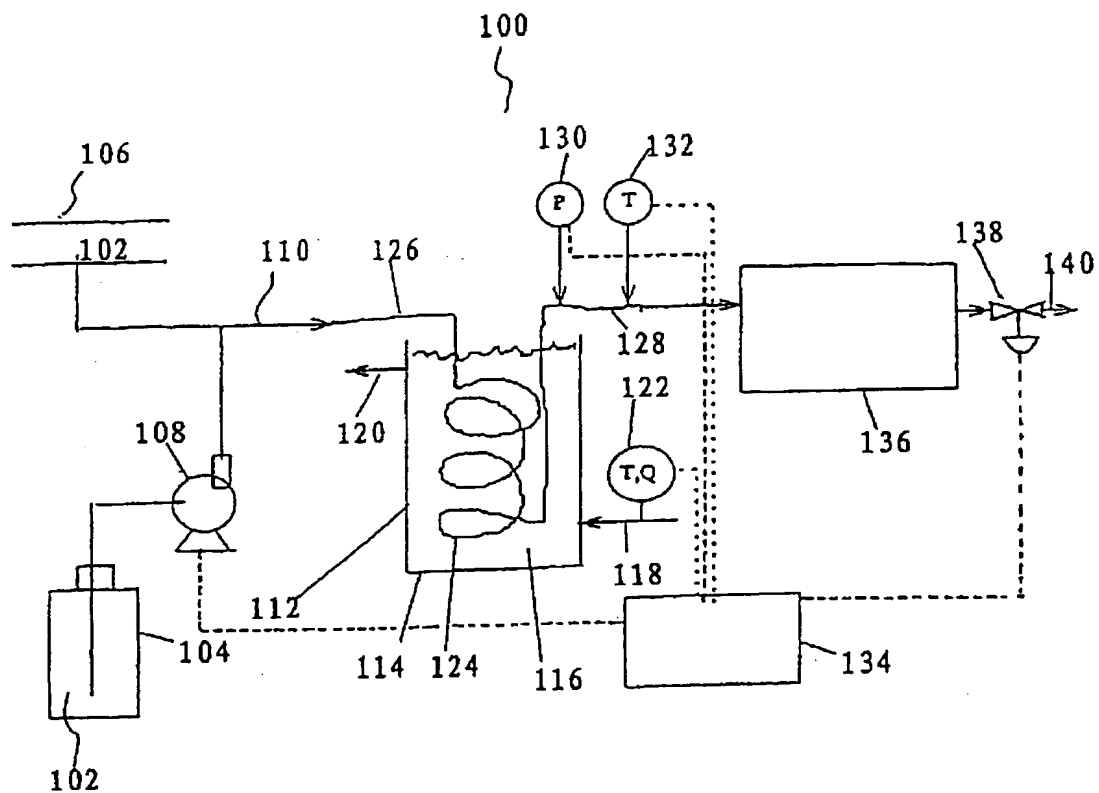


图 1

98-12-20

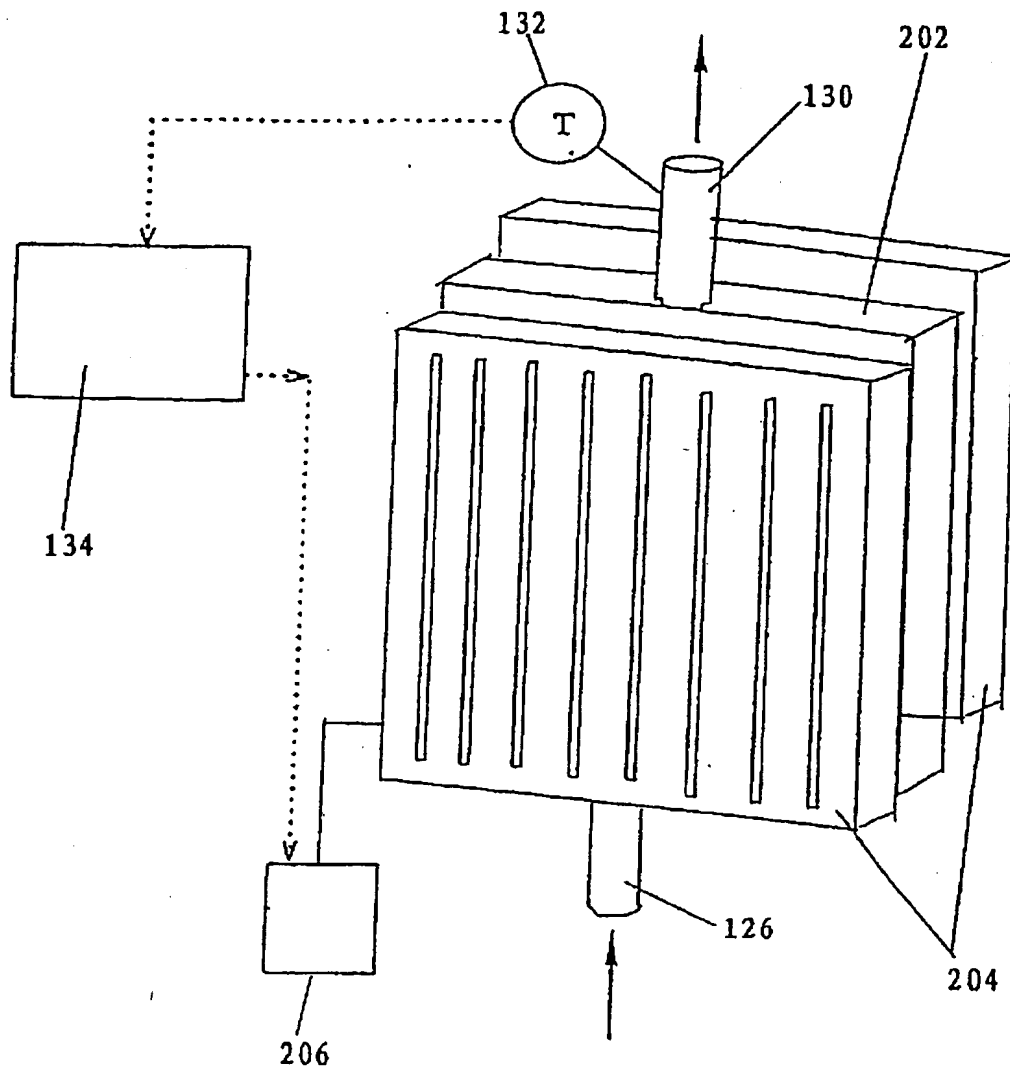


图 2



95.12.30

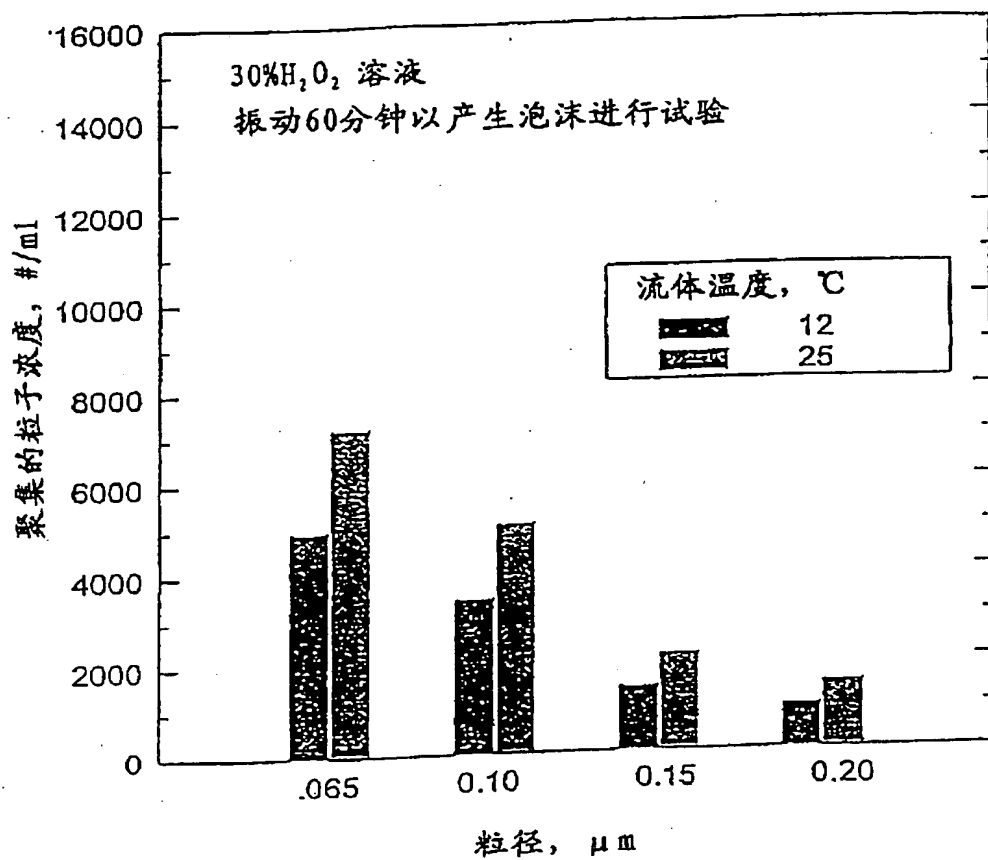


图 3

95.12.20

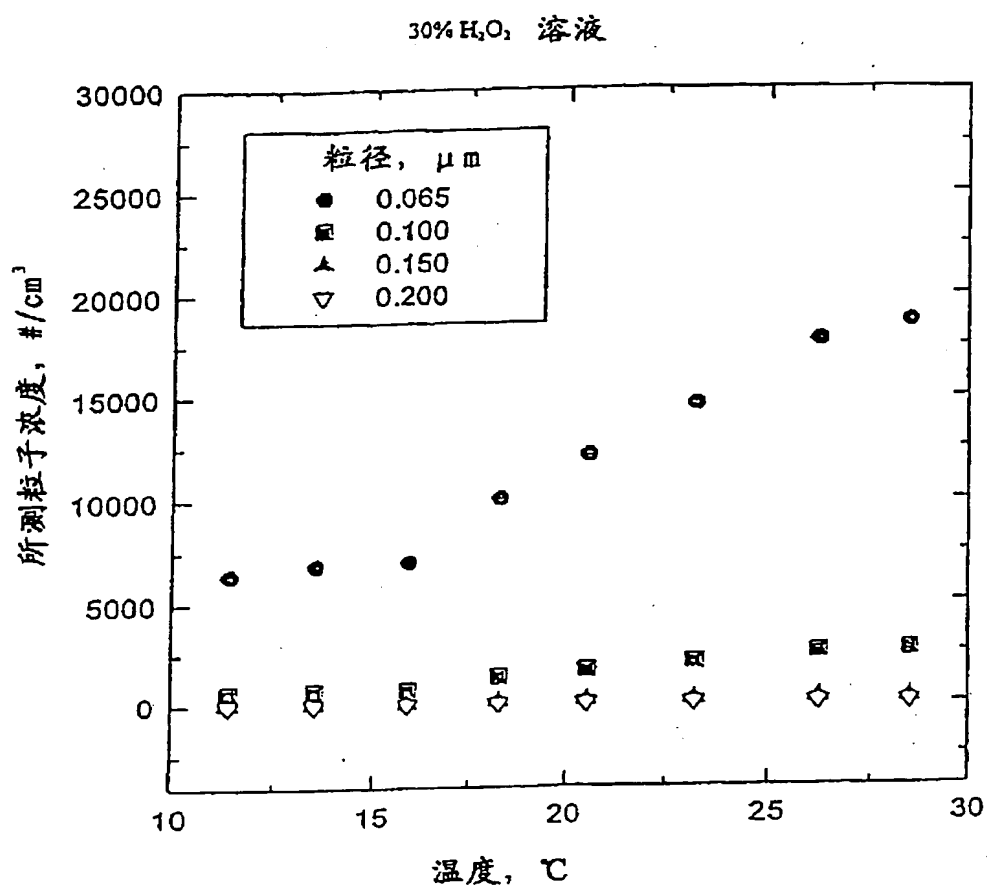


图 4

8.12.00

29%  $\text{NH}_4\text{OH}$  溶液

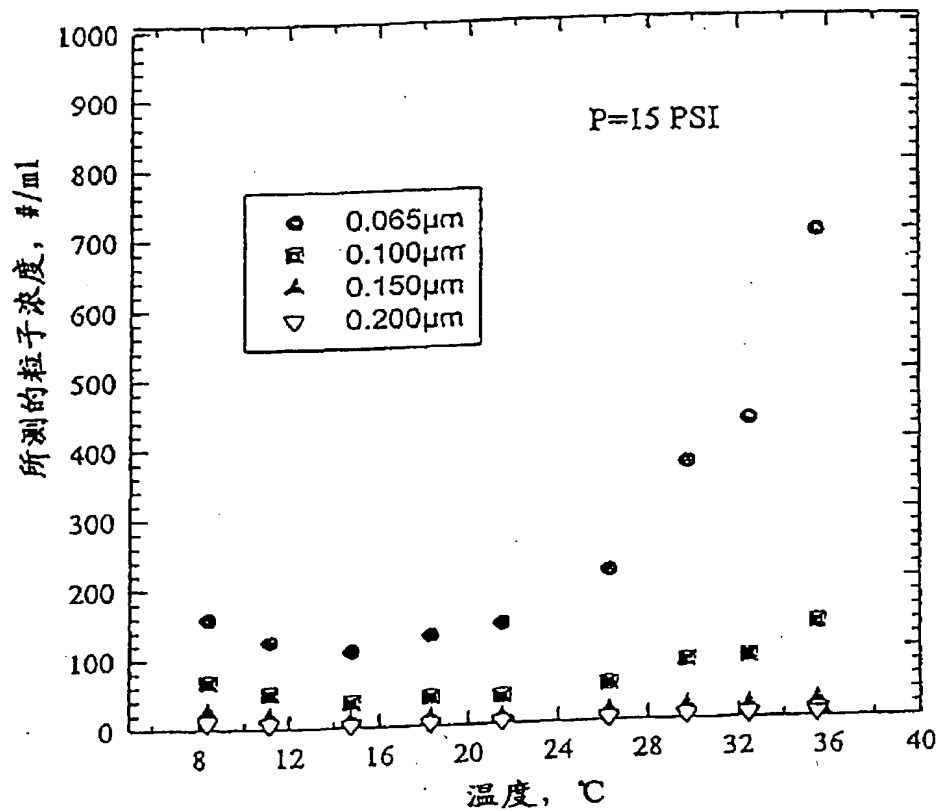


图 5

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**